

15.2

## Уменьшение времени получения изображения в сканирующем микроскопе ионных токов в „hopping“-моде

© С.В. Пичахчи<sup>1,2</sup>, О.М. Горбенко<sup>1</sup>, С.Ю. Лукашенко<sup>1</sup>, М.Л. Фельштын<sup>1</sup>,  
И.Д. Сапожников<sup>1</sup>, И.С. Свайкин<sup>3</sup>, А.О. Голубок<sup>1,2</sup>

<sup>1</sup> Институт аналитического приборостроения РАН, Санкт-Петербург, Россия

<sup>2</sup> Санкт-Петербургский национальный исследовательский Академический университет им. Ж.И. Алфёрова РАН, Санкт-Петербург, Россия

<sup>3</sup> Санкт-Петербургский политехнический университет Петра Великого, Санкт-Петербург, Россия

E-mail: pichakhchi.s@yandex.ru

Поступило в Редакцию 8 мая 2024 г.

В окончательной редакции 21 июня 2024 г.

Принято к публикации 2 июля 2024 г.

Предложен и опробован адаптивный алгоритм, уменьшающий время получения изображения и улучшающий стабильность работы сканирующего микроскопа ионных токов с аналоговой петлей обратной связи. В реальном эксперименте в режиме „hopping“-моды получено стабильное изображение тестового образа с четырехкратным уменьшением времени сканирования.

**Ключевые слова:** сканирующий микроскоп ионных токов, нанопипетка, следящая система, „hopping“-мода, пьезосканер.

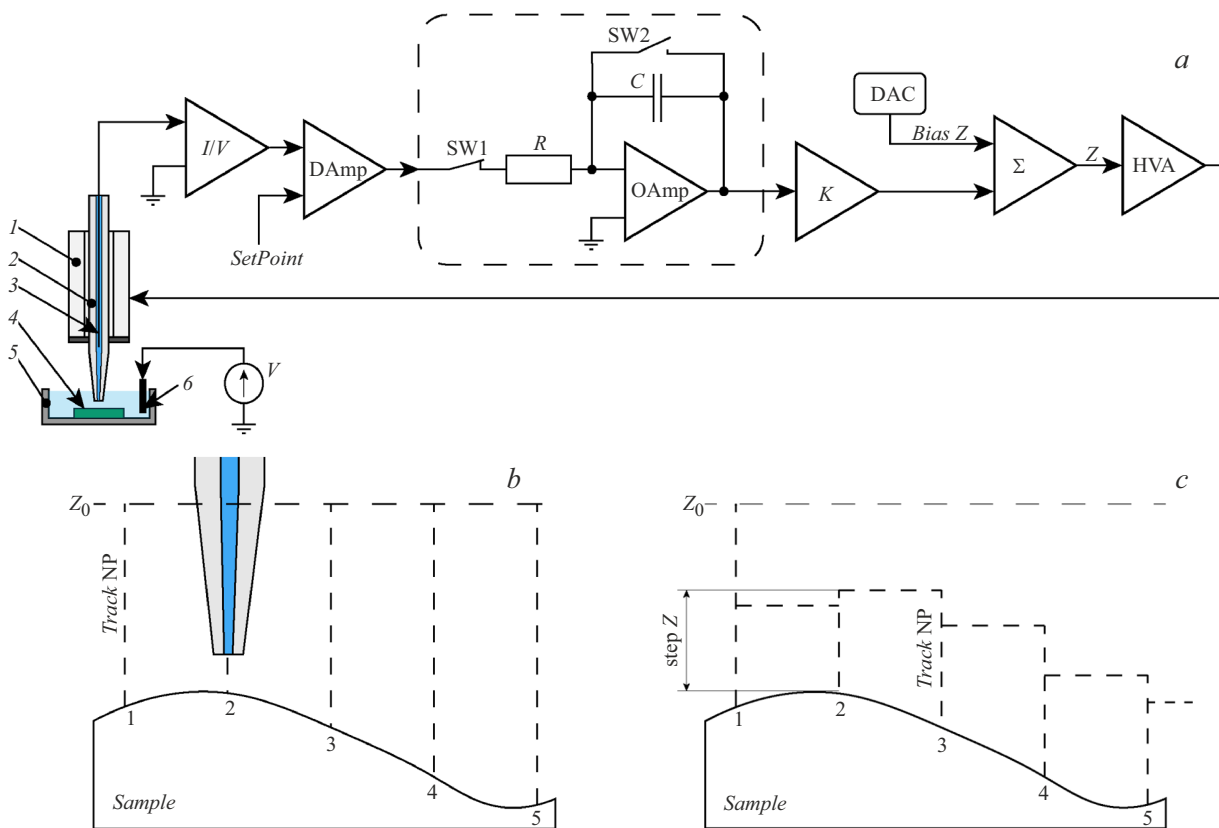
DOI: 10.61011/PJTF.2024.20.58939.19984

Сканирующая микроскопия ионных токов, или, как ее еще называют, сканирующая капиллярная микроскопия (СКМ), является одной из разновидностей сканирующей зондовой микроскопии (СЗМ), когда в качестве зонда используется стеклянная нанопипетка (НП) с радиусом внутренней апертуры  $\sim 50\text{--}100\text{ nm}$ , через которую протекает ионный ток [1]. Основная область применения СКМ — исследование мягких биообъектов в жидких средах. При работе с СКМ используют три основных режима сканирования: режим постоянного тока DC [2], режим переменного тока AC [3] и режим последовательных циклов подвод-отвод НП к исследуемой поверхности, также называемый „hopping“-модой [4]. Известно, что режимы AC и DC дают менее устойчивые изображения по сравнению с режимом подвод-отвод. Это связано с тем, что в режимах AC и DC после приближения НП к исследуемой поверхности и захвата требуемой величины ионного тока перемещение НП от точки к точке всегда происходит вблизи поверхности по траектории, повторяющей ее рельеф. При этом вследствие конечной толщины стенок НП и ошибок слежения возможно ее столкновение с поверхностью исследуемого объекта, приводящее к нестабильности изображений. В отличие от режимов AC и DC в „hopping“-моде переход от точки к точке всегда происходит вдали от поверхности, а затем под контролем следящей системы (СС) осуществляется подвод НП к образцу и захват требуемого значения ионного тока. Такой способ сканирования уменьшает неконтролируемые столкновения НП с исследуемым образцом и улучшает устойчивость работы СКМ. Однако при работе в „hopping“-моде требуется дополнительное время на выполнение цикла подвод-отвод, что заметно

увеличивает время сканирования. В настоящей работе описан алгоритм работы СКМ, минимизирующий время сканирования в режиме „hopping“-моды, и приведены результаты его применения в СКМ с аналоговой петлей обратной связи (ОС).

На рис. 1, *a* представлена схема СС с аналоговой петлей ОС. В стандартном режиме подвод-отвод закрепленная на пьезосканере НП на этапе подвода перемещается к исследуемой поверхности (ключ SW2 разомкнут) за счет плавного удлинения пьезосканера, управляемого интегратором в петле ОС, до тех пор, пока сигнал ионного тока не стабилизируется на уровне опорного сигнала. Затем, после определения координаты  $Z$  путем измерения напряжения на входе высоковольтного усилителя, ключ SW2 замыкается, выходной сигнал интегратора обнуляется, пьезосканер возвращается в исходное „нулевое“ положение (нуль на входе высоковольтного усилителя (ВВУ)), и НП отводится на максимально возможное расстояние от поверхности. Затем НП переводится в новую точку с координатами  $X, Y$ , и процесс повторяется (рис. 1, *b*). СКМ-изображением поверхности образца является зависимость  $Z(X, Y)$ .

Отметим, что при использовании стандартного алгоритма сканер возвращается в исходное „нулевое“ положение, и НП отводится от поверхности на максимально возможное расстояние, что приводит к максимальному времени выполнения цикла подвод-отвод. Для уменьшения времени, необходимого для выполнения этого цикла, в петле ОС после интегратора и усилителя устанавливается сумматор, который добавляет к выходному сигналу усилителя напряжение, формируемое с помощью цифро-аналогового преобразователя (ЦАП).

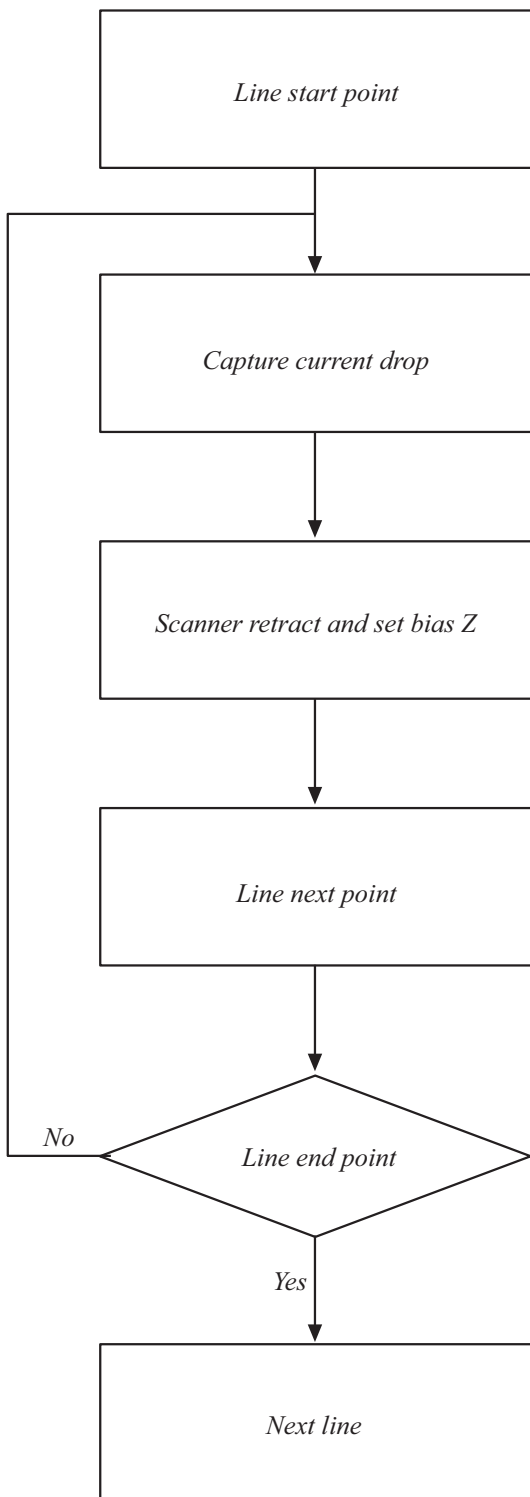


**Рис. 1.** *a* — схема СС с аналоговой петлей ОС, применяемая в СКМ в режиме „hopping“-моды. 1 — пьезосканер; 2 — НП; 3, 6 — AgCl-электроды; 4 — образец; 5 — чашка Петри с 5% раствором NaCl. *V* — источник напряжения на кольцевом электроде в чашке Петри, *I/V* — преобразователь „ток–напряжение“, DAmp — дифференциальный усилитель, OAmp — операционный усилитель, *K* — усилитель петли ОС, DAC — цифро-аналоговый преобразователь,  $\Sigma$  — сумматор, HVA — высоковольтный усилитель. Сумматор  $\Sigma$  используется при реализации алгоритма, уменьшающего время измерений. *b* — траектория движения НП при сканировании образца без использования ЦАП. *c* — траектория движения НП при сканировании образца с использованием ЦАП.

В результате даже при замкнутом ключе SW2 и нулевом напряжении на выходе интегратора НП отводится от поверхности образца не на максимальное расстояние, а на некоторую меньшую высоту, определяемую напряжением, формируемым ЦАП, за меньшее время, что в конечном итоге значительно сокращает время сканирования (рис. 1, *c*).

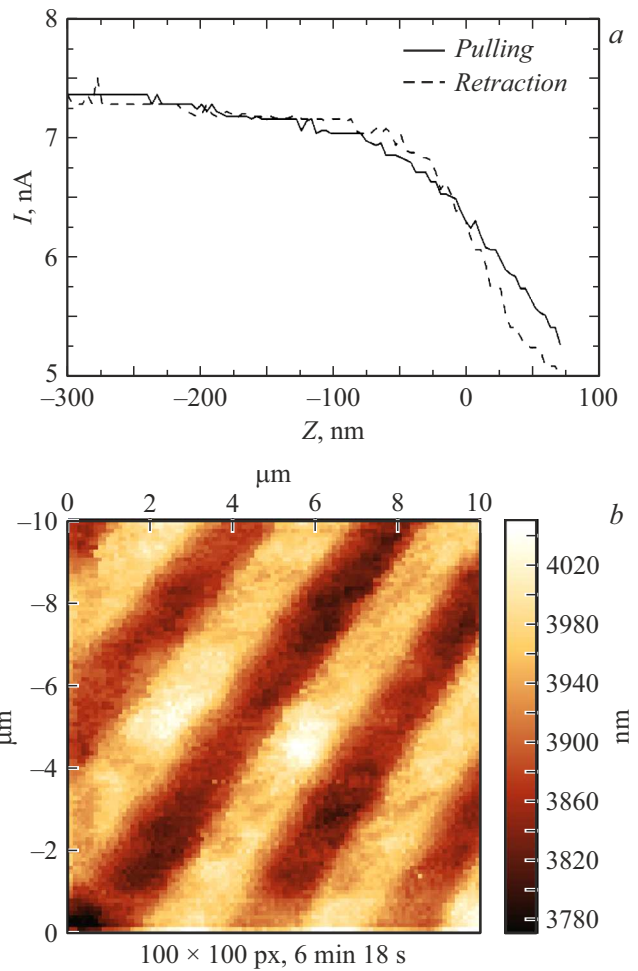
Схема управления, представленная на рис. 1, *a*, позволяет измерить так называемую кривую подвода, т.е. зависимость ионного тока от расстояния между НП и поверхностью. Для этого ключом SW1 разрывается петля ОС, напряжение на сканере запоминается (используется схема выборки-хранения, фиксирующая во времени выходной сигнал интегратора), и сигнал с ЦАП, добавляемый на входе ВВУ к исходному сигналу, приводит к удлинению или сокращению пьезосканера и, следовательно, к перемещению НП относительно исходного положения. Предложенная схема управления позволяет проводить измерения кривой подвода в каждой точке скана, что может быть полезно для изучения распределения зарядов на поверхности образца.

На рис. 2 представлен алгоритм сканирования одной линии в „hopping“-моду с адаптивным уменьшением высоты отвода НП от поверхности образца в каждой точке строки сканирования. Начиная с первой строки сканирования при перемещении зонда в первую начальную точку (*Line start point*) каждой строки смещение напряжения обнуляется, и сканер полностью вытягивается, отводя НП на максимальное расстояние от поверхности. Затем в результате интегрирования входного сигнала при замкнутой петле ОС нанопипетка подводится из „нулевого“ положения к поверхности образца (*Capture current drop*), проходя максимальное расстояние до захвата и стабилизации рабочего значения тока. Поскольку в первой точке время интегрирования входного сигнала (время вытягивания сканера) максимально (по сравнению с таковым в последующих точках на линии сканирования), в этой точке устанавливается увеличенная задержка ( $t_1$ ) между началом интегрирования входного сигнала (размыканием ключа SW2) и моментом измерения координаты *Z*. После измерения *Z* в первой точке сканер полностью отводится



**Рис. 2.** Блок-схема адаптивного алгоритма сканирования одной линии с уменьшением высоты отвода НП от поверхности образца в режиме „hopping“-моды СКМ.

(закрывается ключ SW2) от образца, и из значения  $Z$  вычитается высота фиксированного отвода НП (step  $Z$ ), а полученная разница формируется с помощью ЦАП и плавно подается на сумматор (Scanner retract and set



**Рис. 3.** Результат измерения кривой подвода (a) и результат сканирования тестового образца в „hopping“-моду с использованием предложенного адаптивного алгоритма (b). Число точек в кадре  $100 \times 100$ , диаметр апертуры НП  $\sim 100$  нм, напряжение смещения на AgCl-электродах 0.3 V, ионный ток 1.2 нА, высота отвода НП в адаптивном алгоритме step  $Z$  составляет 700 нм.

*bias Z*). В результате в следующих точках на строке сканирования (*Line next point*) в цикле подвод-отвод НП проходит не максимальное расстояние, обусловленное измеренной координатой  $Z$  и начальным „нулевым“ положением сканера, а меньшее расстояние, затрачивая на это меньшее время. Это учитывается при установлении времен задержки, и время  $t_2$  во всех последующих точках на строчной развертке устанавливается меньше времени  $t_1$ , соответствующего точке максимального подъема сканера. Величина step  $Z$  подбирается либо после измерения рельефа на поверхности исследуемого образца по одной строке с использованием стандартного алгоритма, либо эмпирически из априорных данных об образце и устанавливается на 30–40% больше высоты предварительно измеренного или предполагаемого рельефа.

Предложенный подход был проверен в „hand-made“ СКМ [5] с аналоговой петлей ОС. На одном тестовом образце было осуществлено сканирование с использованием стандартного алгоритма и адаптивного алгоритма со смещением напряжения на входе ВВУ и проведено сравнение времени, затрачиваемого на получение одного кадра размером  $10 \times 10 \mu\text{m}$  с разрешением  $100 \times 100$  точек, при этом коэффициенты усиления в петле ОС не изменялись. В качестве тестового образца использовался полимерный слепок с тестовой решетки TGZ2. Высота ступенек на исходной кремниевой матрице равнялась 110 nm. После снятия полимерной реплики возникали случайные искажения рельефа, и с учетом наклона образца перепад высот составлял  $\sim 500$  nm. Поэтому высота фиксированного отвода НП (step Z) выбиралась равной 700 nm. На рис. 3, *a, b* показаны кривая подвода и результат сканирования полимерного слепка в 1% растворе NaCl с четырехкратным сокращением времени сканирования по сравнению со стандартным алгоритмом с 23 min 36 s (14.16 s на линию) до 6 min 18 s (3.78 s на линию).

Таким образом, в работе экспериментально продемонстрировано существенное снижение времени получения изображения в СКМ с аналоговой петлей ОС при использовании адаптивного алгоритма работы в „hopping“-моду. Важно отметить, что при адаптивном сканировании не только уменьшилось время проведения эксперимента, но и осталось на высоком уровне качество изображения, что подтверждает эффективность работы системы даже при четырехкратном уменьшении времени, затраченного на сканирование одной линии. Очевидно, что предложенный адаптивный алгоритм может применяться и в СКМ с цифровой петлей ОС, а также в других разновидностях СЗМ, использующих „hopping“-моду. Мы планируем продолжить исследования для оптимизации параметров алгоритма с целью дальнейшего улучшения его эффективности.

### Конфликт интересов

Авторы заявляют, что у них нет конфликта интересов.

### Список литературы

- [1] M.V. Zhukov, S.Yu. Lukashenko, I.D. Sapozhnikov, M.L. Felshtyn, O.M. Gorbenko, S.V. Pichachchi, A.O. Golubok, *Науч. приборостроение*, **32** (4), 68 (2022). DOI: 10.18358/np-32-4-i6887
- [2] P.K. Hansma, B. Drake, O. Marti, S.A. Gould, C.B. Prater, *Science*, **243** (4891), 641 (1989). DOI: 10.1126/science.2464851
- [3] A. Page, D. Perry, P.R. Unwin, *Proc. R. Soc. A*, **473** (2200), 1 (2016). DOI: 10.1098/rspa.2016.0889
- [4] P. Novak, C. Li, A.I. Shevchuk, R. Stepanyan, M. Caldwell, S. Hughes, T.G. Smart, J. Gorelik, V.P. Ostanin, M.J. Lab, G.W.J. Moss, G.I. Frolenkov, D. Klenerman, Yu.E. Korchev, *Nat. Meth.*, **6** (4), 279 (2009). DOI: 10.1038/nmeth.1306
- [5] M.V. Zhukov, S.Yu. Lukashenko, I.D. Sapozhnikov, M.L. Felshtyn, O.M. Gorbenko, A.O. Golubok, *J. Phys.: Conf. Ser.*, **2086**, 012074 (2021). DOI: 10.1088/1742-6596/2086/1/012074